



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets ⁵ : A62D 1/00, C09K 21/14		A1	(11) Numéro de publication internationale: WO 93/22000 (43) Date de publication internationale: 11 novembre 1993 (11.11.93)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR93/00405 (22) Date de dépôt international: 26 avril 1993 (26.04.93) (30) Données relatives à la priorité: 92/05603 30 avril 1992 (30.04.92) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): LAFARGE NOUVEAUX MATERIAUX [FR/FR]; 62 bis, rue de Bagneux, F-92120 Montrouge (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement) : BAUDOUIN, Jacques [FR/FR]; Place de la Plaine, F-07220 Viviers (FR). ISSARTEL, Eric [FR/FR]; 102, avenue du Général-de-Gaulle, F-77500 Chelles (FR).		(74) Mandataire: VARNIERE-GRANGE, Monique; Ixas Conseil, 15, rue Emile-Zola, F-69002 Lyon (FR). (81) Etats désignés: CA, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE). Publiée Avec rapport de recherche internationale.	
(54) Title: COMPOSITIONS USEFUL FOR PREVENTING AND/OR COMBATTING FIRE (54) Titre: COMPOSITIONS UTILES A LA PREVENTION ET/OU A LA LUTTE CONTRE LE FEU (57) Abstract <p>The present invention relates to compositions useful for preventing and/or combatting fire as well as to the application of said compositions for preventing and/or combatting fire. The invention discloses a concentrated composition useful after dilution and dissolution or dispersion in a substantially aqueous medium for preventing and/or combatting fire, said composition comprising a clay, optionally a retardant agent, one or a plurality of corrosion inhibitor(s), and anticryptogamic agent and/or a dye, and characterized in that: a) it contains fibres of vegetable origin comprising a majority of natural cellulose fibres and, b) the quantity of said fibres with respect to the whole (fibres + clay) is between 10 and 90 % (by weight).</p> (57) Abrégé <p>La présente invention concerne des compositions utiles à la prévention et/ou à la lutte contre le feu. L'invention a également trait à l'application desdites compositions à la prévention et/ou à la lutte contre le feu. Il est proposé une composition concentrée, utile après dilution et dissolution ou dispersion dans un milieu essentiellement aqueux à la prévention et/ou à la lutte contre le feu, comprenant une argile, le cas échéant, un agent retardant, un ou plusieurs inhibiteur(s) de corrosion, un agent anticryptogamique et/ou un colorant, caractérisée en ce que: a) elle renferme des fibres d'origine végétale comportant une majorité de fibres de cellulose naturelle et b) la quantité desdites fibres par rapport à l'ensemble (fibres + argile) est comprise entre 10 et 90 % (en poids).</p>			

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	FR	France	MR	Mauritanie
AU	Australie	GA	Gabon	MW	Malawi
BB	Barbade	GB	Royaume-Uni	NL	Pays-Bas
BE	Belgique	GN	Guinée	NO	Norvège
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	NZ	Nouvelle-Zélande
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	PL	Pologne
BJ	Bénin	IE	Irlande	PT	Portugal
BR	Brsil	IT	Italie	RO	Roumanie
CA	Canada	JP	Japon	RU	Fédération de Russie
CF	République Centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SK	République slovaque
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SN	Sénégal
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SU	Union soviétique
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TC	Togo
DE	Allemagne	MG	Madagascar	UA	Ukraine
DK	Danemark	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
ES	Espagne	MN	Mongolie	VN	Viet Nam
FI	Finlande				

COMPOSITIONS UTILES A LA PREVENTION ET/OU A LA LUTTE CONTRE LE FEU

5 La présente invention concerne des compositions utiles à la prévention et/ou à la lutte contre le feu.

 L'invention a également trait à l'application desdites compositions à la prévention et/ou à la lutte contre le feu.

10 Le caractère dévastateur, tant pour l'environnement et l'économie en général, du feu non contrôlé et, en particulier des incendies de forêts, de taillis, de broussailles et de garrigues reste toujours une préoccupation majeure dont le risque pour les personnes vivant, séjournant ou intervenant dans ces zones n'est plus à démontrer.

15 Il est bien connu du public, et ce depuis longtemps, qu'il est parfois possible d'arrêter ou d'empêcher le développement d'un tel sinistre, soit en refroidissant la matière combustible se trouvant sur le site, soit en la coupant de toute source de comburant favorisant sa combustion, soit en conjuguant les deux types d'interventions.

20 Il est ainsi tout à fait usuel de mettre en oeuvre, sur les sites en feu, de l'eau dont les principales fonctions bien connues sont les suivantes :

- refroidir le milieu traité ;
- procurer un effet d'isolement localisé du site en flamme en le coupant, au moins temporairement, de sa source de comburant dès lors qu'elle est
- 25 vaporisée, en chassant l'air présent par le volume gazeux ainsi développé et en empêchant, au moins momentanément, l'air de se renouveler.

 Bien que l'eau reste le moyen privilégié pour combattre le feu, de nombreuses propositions antérieures ont visé à renforcer ses effets ignifugeants par introduction de divers agents ou ingrédients susceptibles d'induire l'un et/ou l'autre des processus

30 ci-après :

- favoriser la pénétration de l'eau dans les matériaux combustibles à protéger,
- favoriser la formation de couches d'eau plus importantes sur les surfaces à protéger,
- retarder la pyrolyse et la combustion des matériaux combustibles,
- 35 - éventuellement, réduire la corrosion des équipements de stockage, de transport et/ou de manutention desdites compositions.

Ainsi dans le brevet US 3,334,045 il a été proposé une composition aqueuse retardatrice de pyrolyse et/ou de combustion utilisable lors des largages aériens en vue d'établir des barrières anti-feu. Ladite composition renferme un agent épaississant capable d'augmenter la viscosité de l'eau et qui est une argile bentonite
5 de sodium pré-hydratée à raison de 1 à 9% en poids (par rapport à l'eau), et un sel retardant tels le phosphate de monoammonium, le phosphate de diammonium et le sulfate d'ammonium à raison de 10 à 25 % en poids par rapport à l'eau.

La viscosité maximale de la composition ne doit pas gêner le pompage de celle-ci.

10 Il a également été proposé dans le brevet US 3,409,550 une composition aqueuse retardante utilisable lors des largages aériens ; ladite composition renferme de l'eau, un agent épaississant miscible à l'eau, du phosphate de diammonium et du sulfate d'ammonium dissous, en proportions par ailleurs précisées, dans l'eau ; elle se présente sous forme d'un gel aqueux dont le pH est compris entre 6,5 et 7,5 et
15 dont la viscosité est d'au moins 1000 centipoises.

Divers agents réducteurs de corrosion peuvent être présents dans la composition en cause. Si divers agents épaississants sont mentionnés, l'utilisation à cette fin de carboxyméthylcellulose y est préconisée. D'autre part, une teneur minimale de l'ordre de 120 g de sels d'ammonium par litre de solution y est
20 recommandée (1 livre par gallon).

Plus récemment, il a été proposé (cf US 4,822,524) d'incorporer à une composition retardante spécialement adaptée pour l'application aérienne une quantité mineure (de l'ordre de 0,008 à 0,1 % en poids) de gomme xanthane pour en améliorer la stabilité à long terme et les caractéristiques d'adhésion à la surface de la
25 végétation. La composition en cause renferme par ailleurs un sel retardant choisi parmi le phosphate d'ammonium, les polyphosphates d'ammonium et le sulfate d'ammonium, un épaississant à base de gomme de guar et un vecteur liquide aqueux. Compte tenu de la teneur en sels d'ammonium (phosphate et/ou sulfate) des compositions concentrées et des taux de dilution préconisés avant usage, la mise en
30 oeuvre de ces compositions, dont l'intérêt de principe n'est pas contesté, se traduit en pratique par des difficultés, voire par des impossibilités, à concilier une viscosité satisfaisant à la nécessité de pompabilité, un rendement de dépôt optimal sur la végétation, un effet d'ignifugation de la végétation sans déverser des quantités abusives de phosphates susceptibles de nuire à l'environnement ainsi traité.

35 En parallèle, de nombreux travaux antérieurs ont porté sur l'inhibition de la corrosion induite par ce type de compositions et ont proposé à cette fin divers additifs (cf US 3,223,649 ; US 3,275,566 ; US 3,338,829 ; US 3,350,305 ; US 3,364,149 et US 4,176,071).

D'autres travaux antérieurs ont tenté de modifier la viscosité de compositions retardantes par adjonction de composés polymériques de synthèse (cf. US 4,101,485).

Malgré les recherches extensives qui ont pu être conduites depuis de très nombreuses années dans le domaine des compositions utiles à la prévention et/ou à la lutte contre le feu, le problème de la lutte en cause avec le moins possible de composés organiques et/ou minéraux étrangers ou exogènes à l'eau n'a pas, à la connaissance de la demanderesse, été encore formulé et il ne semble pas que des solutions aient pu être antérieurement proposées.

La présente invention concerne une composition utile à la prévention et/ou à la lutte contre le feu dont l'efficacité est sensible même à des teneurs en extrait sec très faibles (inférieures ou égales à 6 % en poids) dans un vecteur aqueux.

De ce fait, il devient possible de mettre en oeuvre des compositions retardantes dans les processus de lutte au sol, sans risquer de nuire abusivement à l'environnement en y déversant de fortes quantités de composés chimiques, la concentration effectivement utile d'agent retardant pouvant être très faible dans les compositions selon l'invention.

Prise dans son premier aspect, l'invention a pour objet une composition concentrée, utile après dilution et dissolution ou dispersion dans un milieu essentiellement aqueux, à la prévention et/ou à la lutte contre le feu, comprenant une argile, le cas échéant, un agent retardant, un ou plusieurs inhibiteur(s) de corrosion, un agent anticryptogamique et/ou un colorant, caractérisée en ce que

a) elle renferme des fibres d'origine végétale comportant une majorité de fibres de cellulose naturelle et

b) la quantité desdites fibres par rapport à l'ensemble (fibres + argile) est comprise entre 10 et 90 % (en poids).

Une caractéristique essentielle de la présente invention réside dans la présence de fibres d'origine végétale comportant une majorité de fibres de cellulose naturelle.

On entend par fibres d'origine végétale comportant une majorité de fibres de cellulose naturelle, des mélanges de fibres comportant au moins 50% (en poids) de fibres de cellulose, traitées par des procédés physiques de délitage, des procédés thermomécaniques ou chimiques.

La nature précise des fibres de cellulose n'est pas critique. Ainsi les fibres en cause peuvent provenir de sources diverses, telles les fabrications papetières, y compris de la récupération de vieux papiers ou papiers journaux et d'espèces végétales diverses, en particulier de copeaux de bois d'espèces résineuses ou feuillues, et se présenter sous une forme plus ou moins raffinée, c'est à dire

débarrassées au préalable de tout ou partie de la lignine qu'elles renferment à l'état brut.

On préfère recourir à des fibres provenant d'espèces feuillues, délignifiées et faiblement raffinées susceptibles d'offrir un meilleur gonflement dans l'eau.

5

Si la dimension moyenne des fibres peut varier dans de larges limites, on préfère recourir à des fibres dont moins de 5% ont une longueur supérieure ou égale à 3 mm, des fibres plus longues ayant tendance à former des amas et à se démouiller lorsqu'elles se trouvent dans un vecteur aqueux.

10

En outre, la présence d'une proportion importante (supérieure à 50%) de fibres trop courtes (inférieures à 500 microns) conduit à une sédimentation trop rapide des compositions diluées ce qui ne paraît pas souhaitable lors de leur utilisation.

Selon une variante avantageuse, on utilise des fibres dont au moins 50% ont une longueur comprise entre 200 et 1500 microns et qui présentent, de préférence, un rapport L/D supérieur ou égal à 10.

15

A titre d'exemples de fibres susceptibles de convenir à la préparation des compositions selon l'invention, on peut citer les fibres de cellulose commercialisées par la société CELLULOSE DU PIN sous l'appellation "FLUFFOSE HD", celles commercialisées par la société SADLAT sous l'appellation "SADLAFLOC- S20" et celles commercialisées par la société CELLULOSE-FÜLSTOFF-FABRIK sous les dénominations "TECHNOCEL 200C" et "TECHNOCEL 400C".

20

Les compositions à base de fibres de cellulose "pure" commercialisées par la société CELLULOSE-FÜLSTOFF-FABRIK sous les dénominations "TECHNOCEL 200C" ou "TECHNOCEL 400C" sont plus particulièrement préférées.

25

Les compositions selon la présente invention renferment également au moins une argile.

A titre d'exemples d'argiles susceptibles de convenir à la préparation desdites compositions on peut citer : des matériaux argileux, lamellaires ou phylliteux, tels la montmorillonite, la bentonite, la kaolinite, l'illite et la beidelite et des argiles, à feuillets discontinus ou fibreuses, telles l'attapulgit et la sépiolite, et leurs mélanges. Il est préférable que les argiles utilisées soient exemptes de matières abrasives ; il est souhaitable que leur teneur en silice soit inférieure à 0.5% en poids. On recourt avantageusement aux argiles connues pour avoir un fort taux de gonflement dans l'eau et/ou présenter un comportement thixotrope avec un seuil d'écoulement en présence d'eau, telles l'attapulgit et la sépiolite et, de préférence, à la sépiolite.

35

Une autre caractéristique essentielle de la présente invention réside dans la quantité précise des fibres de cellulose présentes par rapport à l'ensemble (fibres + argile).

Comme indiqué en tête du présent mémoire, cette quantité doit être comprise
5 entre 10 et 90% en poids. Cette quantité est avantageusement comprise entre 20 et 80% en poids.

Les compositions selon la présente invention peuvent renfermer un agent retardant. Ces agents sont des composés bien connus de l'homme de l'art qui pourra
10 se référer pour plus amples informations à leur sujet à l'ouvrage "The Chemistry & Uses of Fire Retardants" de J. W. Lyons (en particulier, pp. 149-156). A titre d'exemples de tels composés on peut citer les phosphates mono- et diammoniques, les polyphosphates d'ammonium, le sulfate d'ammonium, le borax, l'acide sulfamique et ses dérivés tel le sulfamate d'ammonium, et leurs mélanges.

15 Si la quantité précise d'agent retardant n'est pas critique lors de la mise en oeuvre des compositions, il est avantageux que dans les compositions en cause cette quantité soit supérieure ou égale à 30% (en poids) par rapport à celle des fibres.

Comme indiqué en tête du présent mémoire, un avantage présenté par les compositions selon la présente invention, prêtes à l'emploi, réside dans le fait que la
20 teneur en agent retardant peut être alors inférieure ou égale à 5% en poids ; une quantité supérieure ou égale à 0,5 % en poids peut être préconisée. De préférence, cette quantité est comprise entre 0,5 et 2% (en poids).

Les compositions selon la présente invention peuvent bien entendu se
25 présenter sous diverses formes étant rappelé ici, par souci de clarté, qu'au moment de leur application à la prévention et/ou la lutte contre le feu et en particulier, contre l'incendie de forêt, elles se trouveront sous forme d'une dispersion aqueuse, l'eau représentant la majeure partie dans cette forme de présentation prête à l'emploi.

Les compositions en cause, avant leur utilisation, peuvent se présenter sous
30 forme massique de blocs de consistance pâteuse (telle celle d'un mastic), de briquettes compactées, de plaquettes ou feuilles, ou sous forme particulière telle des poudres, des flocons, des granules, des pastilles, des joncs plus ou moins durcis, par exemple par séchage, ou sous forme d'un gel plus ou moins visqueux, d'une dispersion ou d'une solution concentrée, l'eau représentant la majeure partie dans
35 ces présentations et l'extrait sec ne représentant qu'une partie mineure en poids, mais essentielle à la bonne marche du procédé de prévention et/ou de lutte contre l'incendie.

Un avantage des compositions selon l'invention se présentant sous forme massique ou particulaire réside dans le fait qu'elles sont aisément dispersables, voire délitables dans un vecteur liquide aqueux.

Une catégorie particulièrement avantageuse de compositions selon l'invention est constituée par celles qui renferment :

- de 1 à 20% et, de préférence, de 2 à 10% en poids (compté en extrait sec, mesuré après séchage à 40°C environ) d'une composition dont l'extrait sec vient d'être décrit et

- de 80 à 99% et, de préférence, de 90 à 98% en poids d'eau.

De telles compositions (spécialités ou compositions prêtes à l'emploi) sont facilement diluables, si besoin en est, dans un vecteur aqueux ; la dilution peut en être faite avec une grande précision.

De préférence, les compositions prêtes à l'emploi présentent une viscosité mesurée au viscosimètre Brookfield RTVD (corps mobile n°3, vitesse de rotation : 10 tours/minute) comprise entre 500 et 3 000 mPa.s et, de préférence, entre 1500 et 2500 mPa.s.

En effet de telles compositions présentent l'avantage supplémentaire d'être pompables, ce qui rend leur emploi d'autant plus aisé avec les équipements préexistants.

Des compositions selon la présente invention se présentant sous d'autres formes évoquées ci-avant seront amenées sous forme d'une dispersion aqueuse, au moment de leur application à la prévention et/ou la lutte contre le feu et en particulier, contre l'incendie de forêt, l'eau représentant alors la majeure partie dans cette forme de présentation prête à l'emploi, la teneur en extrait sec représentant alors de 1 à 20 et, de préférence de 2 à 10% en poids.

Dans une forme prête à l'emploi et particulièrement avantageuse, les compositions présentent une teneur en extrait sec inférieure ou égale à 6% en poids.

Les compositions selon la présente invention peuvent bien entendu renfermer des quantités mineures d'autres additifs tels que, un ou plusieurs inhibiteur(s) de corrosion, un colorant, un agent anticryptogamique, selon le cas, un agent moussant ou un agent antimousse. La quantité totale de ces divers additifs n'excédera pas normalement 1% en poids de la composition prête à l'emploi.

Bien entendu, la présence de ces divers additifs reste facultative et leur incorporation peut être accomplie à divers stades, soit dans la partie constituant l'extrait sec, soit dans l'eau avec laquelle l'extrait sec ou une composition concentrée

sera dilué. En effet, comme les compositions en cause renferment peu de phosphates, elles présentent, en présence d'eau, un pH neutre ou légèrement basique, de l'ordre de 7 à 8. De ce fait, lorsqu'elles sont mises en contact avec des métaux ferreux, elles ne provoquent pas de corrosion visible de ces derniers. Par ailleurs dans la zone de valeurs de pH indiquée, l'aluminium est stable même en présence d'électrolytes forts.

Ceci constitue un avantage important au plan pratique des compositions selon la présente invention.

Un autre avantage desdites compositions réside dans le fait qu'elles sont compatibles avec les compositions retardantes classiquement utilisées dans cette application et avec les agents mouillants et les agents moussants auxquels il peut être souhaitable de recourir dans certains cas.

Ainsi, le vecteur aqueux servant à diluer les compositions selon la présente invention avant leur utilisation, peut être de l'eau sensiblement pure, telle qu'elle se présente sur un réseau de distribution ou sur un site industriel ou de l'eau renfermant un ou plusieurs additifs de nature variée assurant par exemple, au moins l'une des fonctions traditionnelles suivantes : limiter ou empêcher le développement de micro-organismes tels les bactéries, les champignons et les levures, favoriser ou limiter l'apparition d'une mousse, matérialiser la zone traitée en la colorant et, inhiber, si besoin en est encore, la corrosion des parties métalliques en contact avec la composition. Si besoin est, il est possible d'utiliser de l'eau de mer, les compositions selon l'invention étant compatibles avec ce milieu aqueux.

Les compositions en cause peuvent être préparées de manière simple par exemple par mélange des divers composants (argile, fibres de cellulose, le cas échéant retardant et autres additifs) se présentant sous forme de particules ou amenés à l'état de poudres quasiment sèches (renfermant au maximum 10% d'eau).

Dans un premier temps, le mélange de poudres sèches est gonflé naturellement par suite de la présence des fibres de cellulose qui sont relativement légères et confèrent à l'ensemble une masse volumique apparente de l'ordre de 500 g/l.

Dans un second temps, le mélange ainsi opéré pourra être soit compacté et, le cas échéant, ensaché par exemple, soit être granulé de manière connue en soi, en présence d'eau.

Les compositions en cause peuvent être également préparées par voie humide à partir d'une pulpe papetière renfermant de l'ordre de 3 à 10% en poids de fibres. Dans le cadre de ce procédé, on ajoute à la pulpe, l'argile et, le cas échéant, l'agent retardant dans les proportions souhaitées. On filtre alors l'ensemble et on porte le gâteau ainsi obtenu au degré de siccité souhaité.

Comme indiqué en tête du présent mémoire, l'invention a également pour objet l'application des compositions qui viennent d'être décrites à la prévention et/ou à la lutte contre le feu.

L'application desdites compositions à la prévention et/ou la lutte contre les feux secs est plus particulièrement envisagée. Les sites autour desquels et/ou sur lesquels il s'avère particulièrement approprié de projeter les compositions prêtes à l'emploi, au sens précisé ci-avant, peuvent être des zones de végétation (forêts, taillis, broussailles, garrigues, ...), des zones d'habitation, des équipements industriels tels des entrepôts, ou des zones mixtes, comportant des végétaux et/ou des matériaux cellulosiques ou d'origine cellulosique, susceptibles de générer des feux secs. Bien entendu, la projection des compositions prêtes à l'emploi autour et/ou sur les sites en question sera réalisée aussi bien depuis le sol que par voie aérienne.

Les exemples ci-après illustrent la présente invention.

EXEMPLES

Mode général de préparation des compositions selon l'invention.

Dans un déliteur Cellier, on introduit de l'eau et une argile. L'ensemble est mélangé à vitesse 2. Une fois le mélange épaissi, on ajoute les quantités respectivement voulues de fibres et d'agent retardant.

La nature précise des divers ingrédients, leur proportion et la teneur en extrait sec (E.S.) de la composition sont indiqués dans les tableaux (I) à (IV) ci-après.

Pour certaines de ces compositions, on a procédé à l'élimination de l'eau suivie du séchage à l'étuve (40°C) de la matière résiduaire afin de déterminer le comportement de celle-ci une fois rediluée dans l'eau. On a obtenu sensiblement les mêmes résultats.

Conditions de tests des diverses compositions diluées dans l'eau

- Détermination du rendement de dépôt initial :

Une plaquette rectangulaire en bois de peuplier (10 cm x 3,5 cm x 0,2 cm) est portée à 35°C pendant 24 heures. Elle est pesée puis immergée en position verticale pendant 30 secondes dans la composition considérée. Après immersion, la plaquette est repesée.

Le rendement de dépôt (RT) est défini par la relation suivante :

$$\frac{\text{masse de la plaquette après immersion}}{\text{masse de la plaquette avant immersion}} \times 100$$

5

- Rendement de dépôt après séchage

On procède de manière similaire, à ceci près que la seconde pesée est réalisée après séchage de la plaquette immergée dans des conditions par ailleurs précisées.

Le rendement est alors défini par une relation similaire à la précédente, dans laquelle la masse en numérateur est celle de la plaquette immergée puis séchée.

10

- Tests au feu

Le test au feu est réalisé sur un lot de plaquettes traitées comme indiqué ci-avant. On utilise pour ce faire d'une part, un dispositif générateur d'une flamme pilote (du type CAMPING GAZ^R / SOUDO-GAZ^R) sensiblement plane et horizontale et d'autre part, un épiradiateur (puissance 500 watts, Modèle RC2 commercialisé par la société PROLABO) muni d'un support de grille circulaire de 11 cm de diamètre.

15

Une grille circulaire, en acier et de maille carrée (1 x 1 cm) est positionnée à 1 cm de distance du foyer de l'épiradiateur. L'ensemble (grille et support de grille) est incliné de 30 degrés par rapport à l'horizontale. On porte l'ensemble à une température de l'ordre de 600 à 700°C, pendant 30 minutes environ.

20

On positionne le dispositif générateur de flamme pilote (brûleur) de telle sorte que l'extrémité du brûleur soit située à 3 cm de la partie haute de la plaquette qui sera ultérieurement positionnée sur la grille de l'épiradiateur.

25

On allume alors le brûleur (température atteinte env. 1650°C). Puis, simultanément, on positionne la plaquette sur la grille et on déclenche le chronomètre. Le brûleur étant toujours en fonctionnement, on note le temps nécessaire à l'apparition des premières flammes sur la plaquette de bois.

30

Ce temps qui est de 15 à 16 secondes pour une plaquette de bois non traitée, appelé temps d'inflammabilité est désigné par TI dans ce qui suit.

On détermine alors, le cas échéant, la masse de résidus après disparition des flammes.

35

- Stabilité des suspensions :

On prépare des suspensions d'un volume total de 1 litre dont la teneur en extrait sec, la nature des ingrédients et leurs proportions sont indiquées par ailleurs. Des éprouvettes fermées sont mises au repos à température ambiante.

On détermine au bout d'un temps t de repos le volume de liquide surnageant dans chacune des éprouvettes.

Ce volume est exprimé en % du volume total ainsi que la hauteur de sédiment.

5 Exemples 1 à 7 - Essais témoins (a) à (f)

On prépare 7 compositions comme indiqué ci-avant à partir de fibres de cellulose "pure" commercialisées par la société CELLULOSE-FÜLSTOFF-FABRIK sous la dénomination "TECHNOCEL 200C" et d'argile sépiolite (commercialisée par la société OMYA S.A. sous la dénomination PANGEL HV) et le cas échéant, de
10 divers agents retardants.

Les teneurs respectives en extrait sec, la composition de chaque extrait sec et les résultats obtenus figurent dans le tableau (I) ci-après. Les conventions suivantes y sont utilisées :

	E.S.	: Extrait sec
15	DAP	: Phosphate di-ammonique
	K_2HPO_4	: Phosphate di-potassique
	$SO_4(NH_4)_2$: Sulfate d'ammonium
	SUCA	: Sulfamate de calcium
	SUNH	: Sulfamate d'ammonium
20	PPA	: Polyphosphate d'ammonium

L'essai témoin (a) donne les résultats des tests au feu de la plaquette de bois non traitée.

25 L'essai témoin (b) donne les résultats obtenus sur une plaquette traitée à l'eau seule.

L'essai témoin (c) a été réalisé sur une plaquette traitée avec une composition n'entrant pas dans le cadre de la présente invention comprenant du phosphate di-ammonique et de la gomme adragante.

30 L'essai témoin (d) a été réalisé sur une plaquette traitée avec une composition n'entrant pas dans le cadre de la présente invention comprenant du polyphosphate d'ammonium et de l'attapulgit ; composition commercialisée par la société BIOGEMA sous la dénomination Fire Troll[®] 931.

35 L'essai témoin (e) a été réalisé sur une plaquette traitée avec une composition n'entrant pas dans le cadre de la présente invention ne comprenant que des fibres de cellulose dans son extrait sec.

L'essai témoin (f) a été réalisé sur une plaquette traitée avec une composition n'entrant pas dans le cadre de la présente invention ne comprenant que de la sépiolite dans son extrait sec.

TABLEAU I = COMPORTEMENT AU FEU

Réf.	COMPOSITION UTILISEE					RESULTATS OBTENUS				
	Teneur en E.S. % poids	Composition de l'E.S. (% poids)			Retardant	Séchage 30 min/40°C		Séchage 90 min/40°C		
		Fibres de Cellulose	Argile (sépiolite)	Nature		Q	RT %	TI (s)	RT %	TI (s)
a	-	-	-	-	-	-	16	-	16	
b	0	-	-	-	-	103	17	0	16	
c	-	0	-	DAP	-	107	19	104	19	
d	-	0	-	PPA	-	109	22	110	18	
e	4	100	0	-	0	133	31	120	29	
f	4	0	50	DAP	50	128	36	111	20	
1	4	50	50	-	0	257	137	256	125	
2	6	33	33	SUNH	33	318	180	225	127	
3	5	40	40	DAP	20	302	159	256	136	
4	6	33	33	DAP	33	323	220	283	169	
5	6	33	33	SUCA	33	263	128	231	119	
6	6	33	33	K ₂ HPO ₄	33	221	88	ND	ND	
7	6	33	33	SO ₄ (NH ₄) ₂	33	291	140	244	136	

N.D. = non déterminé

TABLEAU II = SEDIMENTATION

COMPOSITION UTILISEE							RESULTATS OBTENUS			
Réf.	Teneur en E.S. (% poids)	Composition de l'E.S. (% pds)			Rendement de dépôt initial en %	Phase liquide surnageante (% en volume)				
		Fibres de Cellulose	Argile (sépiolite)	Retardant		T = 0	T + 24 H	T + 48 H	T + 7 jours	
				Nature						Q
e	4	100	0	-	0	175	0	1	3	5
f	4	0	100	-	0	363	0	0	0	0
1	4	50	50	-	0	352	0	0	0	0
2	6	33	33	SUNH	33	314	0	0	0	0
3	5	40	40	DAP	20	266	0	0	0	0
4	6	33	33	DAP	33	321	0	0	0	0
5	6	33	33	SUCA	33	337	0	0	0	0
6	6	33	33	K ₂ HPO ₄	33	213	0	0	0	0
7	6	33	33	SO ₄ (NH ₄) ₂	33	276	0	0	0	0

Exemples 8 à 17

On prépare 10 compositions comme indiqué ci-avant, à ceci près que l'agent retardant qui est du phosphate di-ammonique, est introduit directement dans l'eau, à raison de 1 % en poids de la solution totale, avant les tests au feu, et que les fibres de cellulose et l'argile utilisées peuvent être de natures diverses.

Les fibres "courtes" sont des fibres "TECHNOCEL 200C" commercialisées par la Société CELLULOSE-FÜLSTOFF-FABRIK.

Les fibres "longues" sont des fibres "TECHNOCEL 400C" commercialisées par la Société CELLULOSE-FÜLSTOFF-FABRIK.

L'argile peut être de la sépiolite (PANGEL HV commercialisée par la société OMYA S.A.) ou de l'attapulгите (ATTAGEL 30 commercialisée par la société ENGELHARDT).

Les conditions particulières, ainsi que les résultats obtenus figurent dans le tableau (III) ci-après.

La viscosité est mesurée avant addition de l'agent retardant. Le rendement de dépôt est l'objet de deux déterminations : l'une avant séchage (rendement de dépôt initial) et l'autre après 1 h 30 de séchage à 40°C.

TABLEAU III

Réf.	COMPOSITION UTILISEE					RESULTATS OBTENUS				
	Teneur en E.S. (% poids)	Fibres cellulose (% poids) dans l'E.S.		Argile (% poids) dans l'E.S.		Rendement dépôt initial en %	Rendement dépôt (%)	T I (s)	M.R. (%)	Viscosité (cP)
		Courtes	Longues	Attapulgit	Sépiolite					
a	0	0	0	0	0	-	-	15	8	-
8	5,5	9,1	0	72,7	0	240	153	50	18	1110
9	3,5	14,3	0	0	57,1	193	114	30	15	1740
10	4,0	25,0	0	50,0	0	200	118	20	13	(*) 440
11	6,0	16,7	0	66,7	0	220	186	50	18	1920
12	4,0	25,0	0	0	50,0	243	130	35	13	2010
13	8,0	62,5	0	25,0	0	685	567	360	90	2050
14	12,0	41,7	0	50,0	0	500	400	380	54	4005
15	6,0	0	16,7	66,7	0	347	263	100	25	1890
16	8,0	0	37,5	50,0	0	340	265	150	57	1810
17	8,0	0	62,5	25,0	0	266	180	45	26	1450

(*) mobile 2

N.B. : Le complément à 100 % de l'extrait sec est obtenu par l'ajout du DAP.

Exemple 18 - Essais témoins (A) à (D)

5 Dans ces exemples, on détermine la stabilité au bout de 24 heures de diverses suspensions, exemptes d'agent retardant ; la composition de ces suspensions renfermant soit de la sépiolite, soit des fibres de cellulose (Type : TECHNOCEL 200C) soit un mélange des deux, ainsi que les résultats obtenus figurent au tableau IV ci-après.

10

TABLEAU IV

Réf	Teneur en E.S.	Composition de l'E.S. (% poids)		Volume (%)	
	(% poids)	Sépiolite	Cellulose	Surnageant	Sédiment
A	1,5	100	0	12	88
B	1,5	0	100	36	64
C	3,0	100	0	5	95
D	3,0	0	100	30	70
18	3,0	50	50	0	100

La stabilité de la suspension (exemple 18) est clairement mise en évidence.

15

Exemple 19 - Essais témoins (E) et (F)

20 Dans ces exemples, on examine l'évolution de la viscosité des diverses suspensions, exemptes d'agent retardant, renfermant soit de l'attapulgite seule en concentration variable (essai témoin E), soit de la sépiolite seule en concentration variable (essai témoin F), soit un mélange de fibres de cellulose (2% en poids, TECHNOCEL 200 C) et de sépiolite en concentration variable (exemple 19).

Les profils de viscosité obtenus dans les trois exemples sont reportés sur la figure unique annexée.

25

Sur cette figure sont portées en abscisses les concentrations en argile exprimées en % poids, une graduation représentant 0,5 % poids.

En ordonnées sont portées les valeurs de viscosité exprimées en centipoises, une graduation représentant 500 centipoises.

Les concentrations en argile explorées sont comprises entre 1 et 4 % en poids ; les viscosités mesurées s'échelonnent entre quelques dizaines de centipoises et environ 5500 centipoises.

5 La courbe 1 donne le profil obtenu pour l'attapulgite prise isolément (essai témoin E).

La courbe 2 donne le profil obtenu pour la sépiolite prise isolément (essai témoin F)

La courbe 3 donne le profil obtenu pour le mélange de sépiolite et de fibres de cellulose (exemple 19).

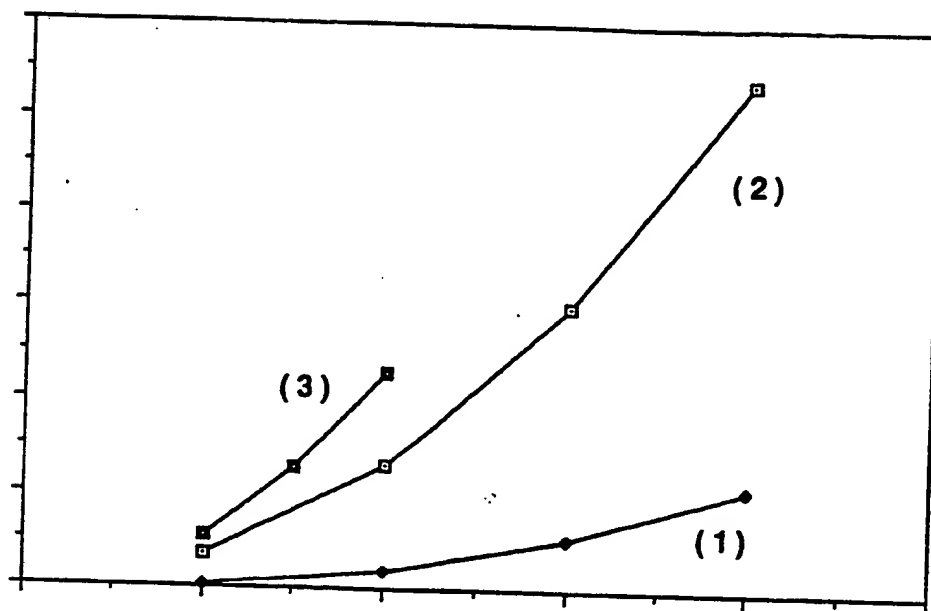
REVENDICATIONS

- 1) Une composition concentrée, utile après dilution et dissolution ou dispersion
5 dans un milieu essentiellement aqueux à la prévention et/ou à la lutte contre le feu, comprenant une argile, le cas échéant, un agent retardant, un ou plusieurs inhibiteur(s) de corrosion, un agent anticryptogamique et/ou un colorant, caractérisée en ce que :
- a) elle renferme des fibres d'origine végétale comportant une majorité de
10 fibres de cellulose naturelle et
- b) la quantité desdites fibres par rapport à l'ensemble (fibres + argile) est comprise entre 10 et 90 % (en poids).
- 2) Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la quantité des
15 fibres par rapport à l'ensemble (fibres + argile) est comprise entre 20 et 80 % (en poids).
- 3) Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que les fibres de cellulose sont choisies parmi celles provenant d'espèces feuillues, délignifiées
20 et faiblement raffinées.
- 4) Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que les fibres de cellulose sont choisies parmi celles dont
25 moins de 5 % ont une longueur supérieure ou égale à 3 mm.
- 5) Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que les fibres de cellulose sont choisies parmi celles dont la longueur moyenne est comprise entre 200 et 1 500 microns et qui présentent, de préférence un rapport L/D supérieur ou égal à 10.
30
- 6) Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'argile est choisie dans le groupe constitué par la bentonite, l'attapulгите, la sépiolite et leurs mélanges.
- 7) Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'argile utilisée est de la sépiolite.
35
- 8) Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle renferme un agent retardant, la quantité de l'agent

retardant par rapport à celle des fibres étant supérieure ou égale à 30% (en poids).

- 5 9) Une composition aqueuse , prête à l'emploi dans la prévention et/ou la lutte contre le feu, caractérisée en ce qu'elle renferme :
- de 1 à 20% et, de préférence, de 2 à 10% en poids (compté en extrait sec, mesuré après séchage à 40°C environ) d'une composition selon l'une quelconque des revendications précédentes et
 - de 80 à 99% et, de préférence, de 90 à 98% en poids d'eau.
- 10 10) Une composition selon la revendication 9, caractérisée en ce qu'elle présente une viscosité mesurée au viscosimètre Brookfield RTVD (corps mobile n°3, vitesse de rotation : 10 tours/minute) comprise entre 500 et 3 000 mPa.s (centipoises) et, de préférence, entre 1 500 et 2 500 mPa.s (centipoises).
- 15 11) Une composition selon la revendication 9 ou 10, caractérisée en ce que sa teneur en extrait sec est comprise entre 2 et 6% en poids.
- 20 12) Une composition selon l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisée en ce que sa teneur en agent retardant est comprise entre 0,5 et 5% en poids.
- 25 13) Une composition selon la revendication 12, caractérisée en ce que sa teneur en agent retardant est comprise entre 0,5 et 2% (en poids).
- 30 14) Procédé de prévention et/ou de lutte contre le feu comprenant la projection autour et/ou sur un site, d'une composition aqueuse selon l'une quelconque des revendications 9 à 13.
- 35 15) Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que le site comporte des végétaux et/ou des matériaux susceptibles de générer des feux secs.
- 16) Procédé selon la revendication 14 ou 15, caractérisé en ce que la projection est réalisée depuis le sol.
- 17) Procédé selon la revendication 14 ou 15, caractérisé en ce que la projection est réalisée par voie aérienne.

1/1

FIGURE UNIQUE

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR 93/00405

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁵ A62D1/00; C09K21/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁵ A62D; C09K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US,A,4665993 (L.L.BALASSA) 19 May 1987 see the whole document	1-17
Y	US,A,3080316 (S.V.PETER TYL) 05 March 1963 see column 3, line 52 - column 3, line 75 see column 5; example 3	1-17
Y	DATABASE WPIL, Section Ch, Week 8838, 15 August 1988 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D, AN 88-268385 & JP,A,63196741 (TOYOBO) see abstract	1-17
A	US,A,3558486 (W.W.MORGENTHAUER) 26 January 1971	
A	DE,A,2937333 (BAYER) 2 April 1981	

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 June 1993 (14.06.93)

Date of mailing of the international search report

24 June 1993 (24.06.93)

Name and mailing address of the ISA/

EUROPEAN PATENT OFFICE

Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

**ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.**

FR 9300405
SA 73183

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.
The members are as contained in the European Patent Office EDP file on
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

14/06/93

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-4665993	19-05-87	US-A- 4787928 US-A- 5096748 US-A- 5143780	29-11-88 17-03-92 01-09-92
US-A-3080316		None	
US-A-3558486	26-01-71	None	
DE-A-2937333	02-04-81	None	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

PCT/FR 93/00405

Demande Internationale No

I. CLASSEMENT DE L'INVENTION (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) ⁷

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

CIB 5 A62D1/00; C09K21/14

II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée⁸

Système de classification

Symboles de classification

CIB 5

A62D ; C09K

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté⁹III. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS¹⁰

Catégorie ^o	Identification des documents cités, avec indication, si nécessaire, ¹² des passages pertinents ¹³	No. des revendications visées ¹⁴
X	US,A,4 665 993 (L.L.BALASSA) 19 Mai 1987 voir le document en entier ---	1-17
Y	US,A,3 080 316 (S.V.PETERTYL) 5 Mars 1963 voir colonne 3, ligne 62 - colonne 3, ligne 75 voir colonne 5; exemple 3 ---	1-17
Y	DATABASE WPIL Section Ch, Week 8838, 15 Août 1988 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D, AN 88-268385 & JP,A,63 196 741 (TOYOBO) voir abrégé ---	1-17
A	US,A,3 558 486 (W.W.MORGENTHALER) 26 Janvier 1971 ---	1-17

^o Catégories spéciales de documents cités:¹¹

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier.

"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

IV. CERTIFICATION

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

14 JUIN 1993

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

24. 05. 93

Administration chargée de la recherche internationale

OFFICE EUROPEEN DES BREVETS

Signature du fonctionnaire autorisé

DALKAFOUKI A.

III. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS¹⁴(SUITE DES RENSEIGNEMENTS INDiques SUR LA
DEUXIEME FEUILLE)

Catégorie °	Identification des documents cités, ¹⁵ avec indication, si nécessaire des passages pertinents ¹⁷	No. des revendications visées ¹⁸
A	DE, A, 2 937 333 (BAYER) 2 Avril 1981 -----	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE
RELATIF A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO.**

FR 9300405
SA 73183

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche internationale visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

14/06/93

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US-A-4665993	19-05-87	US-A- 4787928 US-A- 5096748 US-A- 5143780	29-11-88 17-03-92 01-09-92
US-A-3080316		Aucun	
US-A-3558486	26-01-71	Aucun	
DE-A-2937333	02-04-81	Aucun	

EPO FORM P4072